

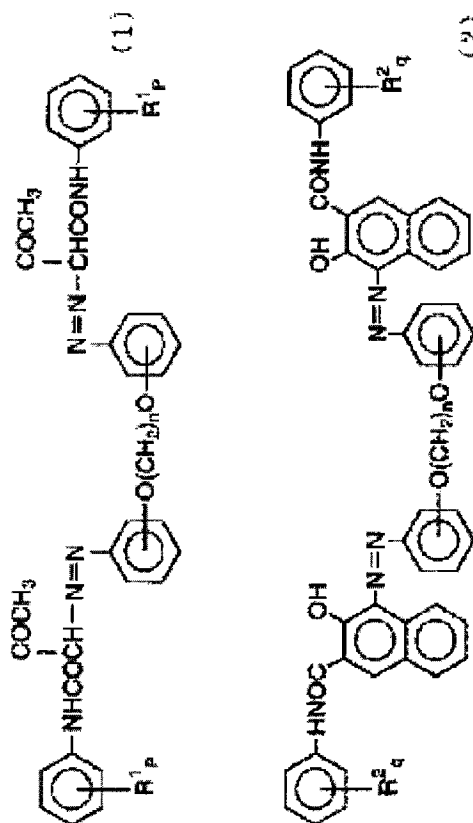
DISAZO COMPOUND, METHOD FOR PRODUCING THE SAME AND COLORANT COMPRISING DISAZO COMPOUND

Patent number: JP2002060644
Publication date: 2002-02-26
Inventor: WAGI MINORU; MIYAZAKI YOSHIKI
Applicant: MIKUNI COLOR LTD
Classification:
 - international: **B41J2/01; B41M5/00; C09B35/023; C09B35/035; C09B35/22; C09D11/00; D21H17/07; D21H19/38; D21H21/28; G02B5/22; G03G9/09; B41J2/01; B41M5/00; C09B35/00; C09D11/00; D21H17/00; D21H19/00; D21H21/14; G02B5/22; G03G9/09; (IPC1-7): C09B35/22; B41J2/01; B41M5/00; C09B35/023; C09B35/035; C09D11/00; D21H17/07; D21H19/38; D21H21/28; G02B5/22; G03G9/09**
 - european:
Application number: JP20000250205 20000821
Priority number(s): JP20000250205 20000821

Report a data error here

Abstract of JP2002060644

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce a disazo compound that has not only a yellow color but also several different hues other than a yellow color and can satisfy the requirements with respect to light exposure property, solvent resistance, pigment dispersibility, cost and the like. **SOLUTION:** The disazo compound represented by formula (I) (wherein R¹ is a halogen atom, a lower alkyl group, a lower alkoxy group, a nitro group or an acetylamino group; (n) is 1 to 4; and (p) is 0 to 5) or by formula (II) (wherein R² is a halogen atom, a lower alkyl group, a lower alkoxy group, a nitro group or an acetylamino group; (n) is 1 to 4; and (q) is 0 to 5) is produced. The disazo compound is used as a colorant.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-60644

(P2002-60644A)

(43) 公開日 平成14年2月26日 (2002. 2. 26)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード*(参考)	
C 0 9 B	35/22	C 0 9 B	35/22	2 C 0 5 6
B 4 1 J	2/01	B 4 1 M	5/00	E 2 H 0 0 5
B 4 1 M	5/00	C 0 9 B	35/023	2 H 0 4 8
C 0 9 B	35/023		35/035	2 H 0 8 6
	35/035	C 0 9 D	11/00	4 J 0 3 9
審査請求 未請求 請求項の数9 O L (全 11 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願2000-250205(P2000-250205)

(22) 出願日 平成12年8月21日 (2000. 8. 21)

(71) 出願人 591064508

御国色素株式会社

兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1

(72) 発明者 和木 稔

兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御
国色素株式会社内

(72) 発明者 宮崎 由昭

兵庫県姫路市御国野町国分寺138-1 御
国色素株式会社内

(74) 代理人 100065226

弁理士 朝日奈 宗太 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ジスアゾ化合物、その製法および前記ジスアゾ化合物からなる着色剤

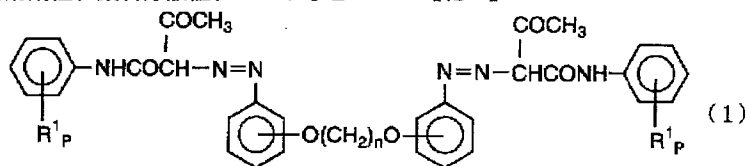
(57) 【要約】

【課題】 イエロー色以外にも豊富な色相を有しており、さらに耐光性、耐溶剤性、顔料分散性、コストなど

を満足させることができるジスアゾ化合物を製造する。

【解決手段】 一般式 (1) :

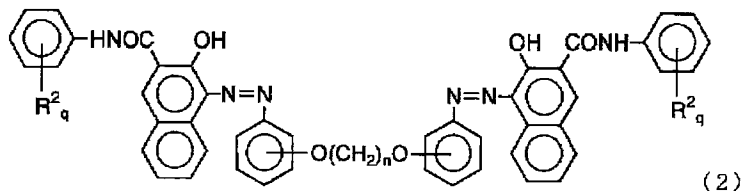
【化1】



(式中、R¹は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～

4、pは0～5) または一般式 (2) :

【化2】

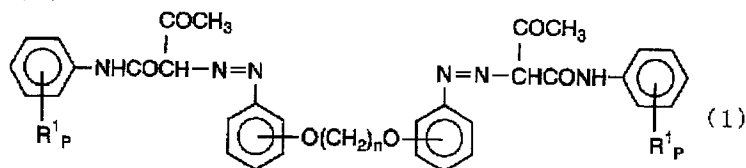


(式中、R²は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～

4、qは0～5) で表わされるジスアゾ化合物を製造し、着色剤に用いる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)：

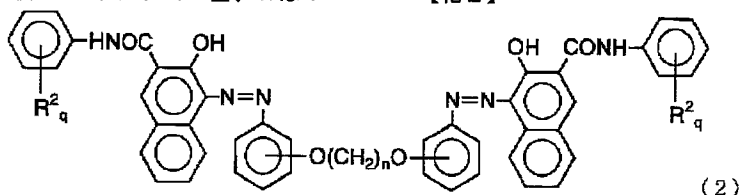


(式中、 R^1 は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、 n は1～

【化1】

4、 p は0～5)または一般式(2)：

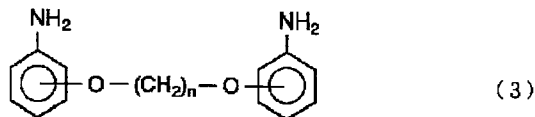
【化2】



(式中、 R^2 は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、 n は1～4、 q は0～5)で表わされるジスアゾ化合物。

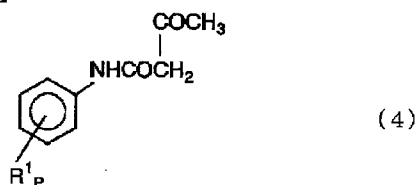
【請求項2】 一般式(3)：

【化3】



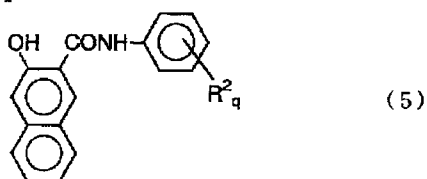
(式中、 n は1～4)で表わされる芳香族アミン1モルをビスアゾ化し、一般式(4)：

【化4】



(式中、 R^1 は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、 n は1～4、 p は0～5)で表わされるアセトアセトアニリド系化合物または一般式(5)：

【化5】



(式中、 R^2 は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、 n は1～4、 q は0～5)で表わされるナフトール系化合物2モルと、水性溶媒または有機溶媒中でカップリング反応さ

で表わされるジスアゾ化合物の製法。

【請求項3】 ジアゾ化液またはカップリング液中に界面活性剤を添加したものを用いる請求項2記載の製法。

【請求項4】 ジアゾ化液またはカップリング液中に高分子分散剤を添加したものを用いる請求項2記載の製法。

【請求項5】 一般式(1)または一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物からなる着色剤。

【請求項6】 前記着色剤が顔料である請求項5記載の着色剤。

【請求項7】 樹脂着色に使用される請求項5または6記載の着色剤。

【請求項8】 前記樹脂着色が、ゴム、塩化ビニル樹脂、セルロース、ポリエステルまたはポリオレフィンの着色である請求項7記載の着色剤。

【請求項9】 前記顔料が、印刷インキ、カラーフィルター、インクジェット用インキ、電子写真トナー、塗料または紙パルプの着色に使用される請求項6記載の着色剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ジスアゾ化合物、その製法および前記ジスアゾ化合物からなる着色剤に関する。

【0002】

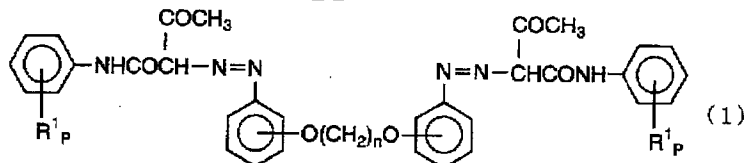
【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来、ビス(アミノフェノキシ)アルカンをアセトアセチルアミノベンゼンにカップリングさせて製造されるジスアゾ化合物が知られているが、耐光性が不十分である。

【0003】特開昭56-38354号公報では、ビス(アミノフェノキシ)アルカンと5-アセトアセチルアミノベンゾイミダゾロン誘導体とのカップリング反応によりジスアゾ化合物が合成されている。この化合物は、

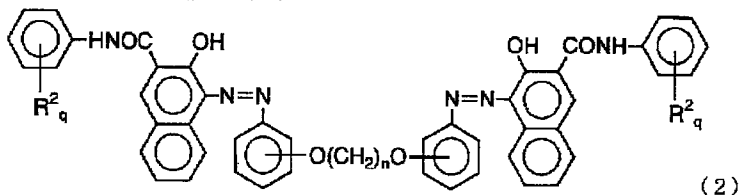
イエローに限定されており、幅広く展開することができない。また、顔料分散性、色相、コストなどを十分に満足させることは難しく、現在のところ、簡単に分散加工でき、どんな分野へも展開でき、コスト競争力などを十分に満足させたジスアゾ化合物は少なく、今後は幅広い用途に最適な着色剤が求められている。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前記問題を



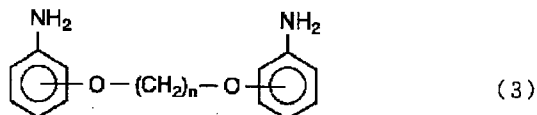
【0007】(式中、R¹は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～4、pは0～5) または一般式(2)：



【0009】(式中、R²は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～4、qは0～5) で表わされるジスアゾ化合物(請求項1)、一般式(3)：

【0010】

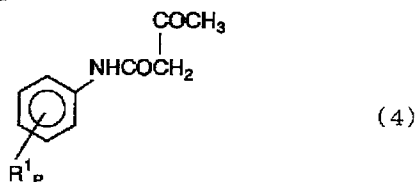
【化8】



【0011】(式中、nは1～4) で表わされる芳香族アミン1モルをビスアゾ化し、一般式(4)：

【0012】

【化9】



【0013】(式中、R¹は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～4、pは0～5) で表わされるアセトアセトアニリド系化合物または一般式(5)：

【0014】

【化10】

解決すべく鋭意研究を重ねた結果、下記一般式(1)または(2)で表わされるジスアゾ化合物が着色剤として極めて有用であることを見出し、本発明を完成するに至った。

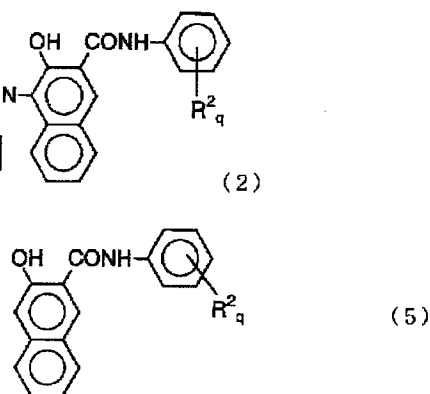
【0005】すなわち、本発明は、一般式(1)：

【0006】

【化6】

【0008】

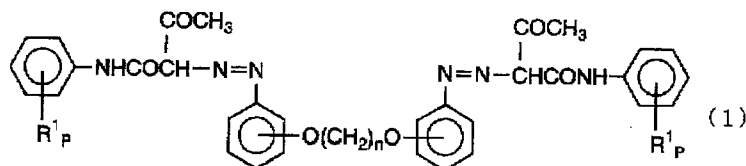
【化7】



【0015】(式中、R²は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1～4、qは0～5) で表わされるナフトール系化合物2モルと、水性溶媒または有機溶媒中でカップリング反応させることを特徴とする一般式(1)または一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物の製法(請求項2)、ジアゾ化液またはカップリング液中に界面活性剤を添加したものをを用いる請求項2記載の製法(請求項3)、ジアゾ化液またはカップリング液中に高分子分散剤を添加したものをを用いる請求項2記載の製法(請求項4)、一般式(1)または一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物からなる着色剤(請求項5)、前記着色剤が顔料である請求項5記載の着色剤(請求項6)、樹脂着色に使用される請求項5または6記載の着色剤(請求項7)、前記樹脂着色が、ゴム、塩化ビニル樹脂、セルロース、ポリエステルまたはポリオレフィンの着色である請求項7記載の着色剤(請求項8)、および前記顔料が、印刷インキ、カラーフィルター、インクジェット用インキ、電子写真トナー、塗料または紙パルプの着色に使用される請求項6記載の着色剤(請求項9)に関する

【0016】

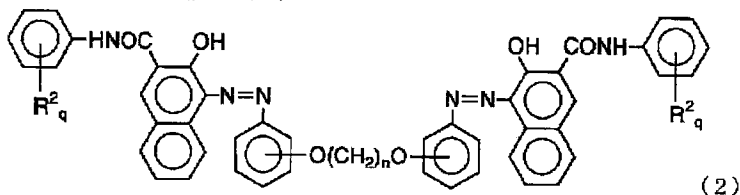
【発明の実施の形態】本発明のジスアゾ化合物は、一般式(1)：



【0017】

【化11】

【0018】(式中、R¹は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1~4、pは0~5)または一般式(2)：



【0019】

【化12】

【0020】(式中、R²は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1~4、qは0~5)で表わされる化合物である。

【0021】一般式(1)におけるR¹およびその数pは、一般式(1)で表わされるジスアゾ化合物中の電子状態を調節することにより、ジスアゾ化合物に吸収される光の波長を調節する。この結果、ジスアゾ化合物の色調や耐光性に影響を及ぼすのである。

【0022】R¹としては、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子などのハロゲン原子、メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基などの炭素数1~3の低級アルキル基、メトキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、i-プロポキシ基などの炭素数1~3の低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基があげられる。これらのうちでは、塩素原子、メチル基、エチル基、メトキシ基、ニトロ基が、反応性や経済性の点から好ましい。

【0023】ベンゼン核1個あたりのR¹の結合数は、0~5個であるが、この数は、基本的には、一般式(1)で表わされるジスアゾ化合物の電子状態をどのようにしたいかによって定まり、R¹の種類、製造のしやすさなどを考慮して定めればよい。ベンゼン核1個あたりのR¹の結合数が2個以上の場合、それらは同じであってもよく異なってもよい。また、2個あるp個のR¹で置換されたフェニル基も、同じであってもよく異なってもよい。

【0024】前記nは、2つのアゾ基含有基をつなぐジオキシアリレン基の長さを決定する因子であり、1~4、好ましくは1~3である。nが1未満の場合、顔料として本発明の性能を有さず、4をこえる場合、生成反

【0025】一般式(1)で表わされるジスアゾ化合物の具体例としては、たとえば1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタンで代表される芳香族アミンと、アセトアセトアニリド、アセトアセト-クロロアニリド、アセトアセト-p-トルイダイド、アセトアセト-m-キシリダイド、アセトアセト-o-アニシダイド、アセトアセト-p-アニリドの組み合わせが、顔料性能、経済性、ランニングコストの点から好ましい。

【0026】一般式(2)におけるR²およびその数qも、一般式(1)の場合と同様に、一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物中の電子状態を調節することにより、ジスアゾ化合物に吸収される光の波長を調節する。この結果、ジスアゾ化合物の色調や耐光性に影響を及ぼす。

【0027】一般式(2)におけるR²、nおよびqについての説明は、それぞれ一般式(1)におけるR¹、nおよびpについての説明と同じであるので省略する。

【0028】一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物の具体例としては、たとえば1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタンで代表される芳香族アミンと、3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、4'-クロル-3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-3'-ニトロ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト-o-アニシダイドの組み合わせが、顔料性能、経済性、ランニングコストの点から好ましい。

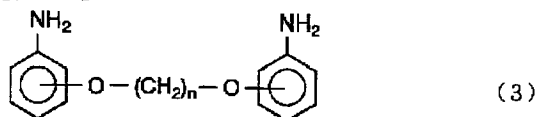
【0029】一般式(1)で表わされるジスアゾ化合物および一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物は、いずれも優れた顔料性能を有し、経済性にも優れる化合物であり、着色剤として有用である。

ゾ化合物および一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物の製法について説明する。

【0031】一般式(3)：

【0032】

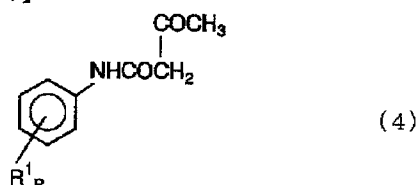
【化13】



【0033】(式中、nは1~4)で表わされる芳香族アミン1モルをビスジアゾ化し、一般式(4)：

【0034】

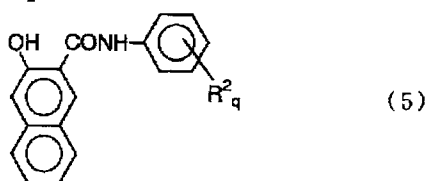
【化14】



【0035】(式中、R¹は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1~4、pは0~5)で表わされるアセトアセトアニリド系化合物または一般式(5)：

【0036】

【化15】



【0037】(式中、R²は、ハロゲン原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、ニトロ基、アセチルアミノ基、nは1~4、qは0~5)で表わされるナフトール系化合物2モルと、水性溶媒または有機溶媒中でカップリング反応させることにより一般式(1)または一般式(2)で表わされるジスアゾ化合物を製造することができる。

【0038】一般式(3)で表わされる芳香族アミンのビスジアゾ化は、通常、水中で、塩酸や硫酸などの鉱酸の存在下で亜硝酸ナトリウムを10℃以下で反応させることにより行なわれ、ジアゾ化液が製造される。必要により、アルコールなどの溶媒中で、また、ニトロシル硫酸の存在下で行なわれる場合がある。

【0039】一般式(4)または一般式(5)で表わされる化合物(カップリング化合物)を水酸化ナトリウムなどの強アルカリを用いて溶解させたカップリング液に、通常、10℃から50℃の間でジアゾ化液を滴下することにより、カップリングさせる。

しては、ビス(アミノフェノキシ)アルカン構造を有するもの、たとえば1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(3-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(4-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタン、1, 2-ビス(3-アミノフェノキシ)エタン、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタン、1, 3-ビス(2-アミノフェノキシ)プロパン、1, 3-ビス(3-アミノフェノキシ)プロパン、1, 3-ビス(4-アミノフェノキシ)プロパン、1, 4-ビス(2-アミノフェノキシ)ブタン、1, 4-ビス(3-アミノフェノキシ)ブタン、1, 4-ビス(4-アミノフェノキシ)ブタンなどがあげられる。これらのうちでは、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン、1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタンが、経済性およびランニングコストの点から好ましい。

【0041】一般式(4)で表わされるアセトアセトアニリド系化合物としては、アセトアセトアニリド、そのベンゼン環に置換基を有するアセトアニリド誘導体、たとえばアセトアセト α -クロルアニリド、アセトアセト p -ートルイダイド、アセトアセト o -ートルイダイド、アセトアセト m -キシリダイド、アセトアセト2, 5-ジメトキシ-4-クロルアニリド、アセトアセト4-クロル-2-ートルイダイド、アセトアセト o -アニシダイド、アセトアセト5-クロル-2-ートルイダイド、アセトアセト5-クロル-2-アニシダイド、アセトアセト p -アニシダイド、アセトアセト2, 4-ジメトキシアニリド、アセトアセト2, 5-ジメトキシアニリド、4'-エトキシアセトアセトアニリド、4'-アセチルアミノアセトアセトアニリドなどがあげられる。これらのうちでは、アセトアセトアニリド、アセトアセト α -クロルアニリド、アセトアセト p -ートルイダイド、アセトアセト m -キシリダイド、アセトアセト o -アニシダイドが、経済性およびランニングコストの点から好ましい。

【0042】一般式(5)で表わされるナフトール系化合物としては、 β -ナフトール誘導体、たとえば3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト o -アニシダイド、3-ヒドロキシ-2-ナフト p -アニシダイド、3-ヒドロキシ-2-ナフト o -フェネチダイド、3-ヒドロキシ-2-ナフト p -フェネチダイド、5-クロル-3'-ヒドロキシ-2-ナフト o -アニシダイド、5'-クロル-3-ヒドロキシ-2', 4'-ジメトキシ-2-ナフトアニリド、4'-クロル-3-ヒドロキシ-2', 5'-ジメトキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト p -ートルイダイド、3-ヒドロキシ-2-ナフト o -ートルイダイド、4'-クロル-3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-3'-ニトロ-2

ーナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2', 5'-ジメトキシ-2-ナフトアニリドなどがあげられる。これらのうちでは、3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-2-ナフト-*o*-アニシダイド、3-ヒドロキシ-2-ナフト-*o*-トルイダイド、4'-クロル-3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド、3-ヒドロキシ-3'-ニトロ-2-ナフトアニリドが、経済性およびランニングコストの点から好ましい。前記以外の反応可能な化合物としては、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロンなどのピラズロン化合物も使用できる。

【0043】前記カップリング時に、界面活性剤や高分子分散剤、シランカップリング剤などのカップリング剤などが存在するようにしておけば、合成時の一次粒子径や流動性を効果的に制御することができる。

【0044】前記カップリング時に界面活性剤や高分子分散剤などが存在するようにする方法としては、たとえばジアゾ化液およびカップリング液の少なくとも一方中に界面活性剤または高分子分散剤を添加したものをを用いる方法などがあげられる。

【0045】前記界面活性剤としては、ノニオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤などを好ましく使用することができる。

【0046】前記界面活性剤の添加量は、カップリング化合物に対して0.1~20重量%（以下、%という）程度、さらには0.2~20%程度であることが好ましい。

【0047】前記高分子分散剤の添加量は、カップリング化合物に対して0.1~20%程度、さらには0.2~20%程度であることが好ましい。後処理として、ピリジン、氷酢酸、クロルベンゼンなどの溶媒中、50~200℃で加熱処理することもできる。

【0048】前記カップリング剤の添加量は、カップリング化合物に対して0.1~15%程度、さらには0.2~10%程度であることが好ましい。

【0049】前記界面活性剤としては、たとえばアルキルベンゼンスルホン酸塩、高級アルコール硫酸エステル塩、高級脂肪酸塩、高級アルキルジカルボン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、アルキルスルホホク酸塩、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステルなどのアニオン系界面活性剤；たとえばポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、脂肪酸モノグリセリド、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン付加アセチレングリコールなどのノニオン系界面活性剤；たとえば脂肪族アミン塩、脂肪族ホスホニウム塩、脂肪族スルホニウム塩などの

は、アニオン系界面活性剤およびノニオン系界面活性剤が、各種用途における安定性、相溶性の点から好ましい。

【0050】前記高分子分散剤としては、たとえばアクリル系樹脂、ウレタン系樹脂、エポキシ系樹脂、ロジン樹脂、マレイン酸系樹脂などがあげられる。これらのうちでは、アクリル系樹脂が分散性能の点から好ましい。

【0051】前記シランカップリング剤などのカップリング剤としては、シランカップリング剤のほかにチタネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤などがあげられる。これらのうちでは、シランカップリング剤が表面改質の点から好ましい。

【0052】得られた本発明のジスアゾ化合物は、そのまま顔料などの着色剤として用いてもよく、また、用途に応じてサンドミル、ボールミル、ロールミルなどの分散機を用いて溶媒や樹脂とともに練合することによって、再凝集をおこしている粒子を合成時の一次粒子径ちかくまで細かく分散させたのち（分散加工したのち）用いてもよい。

【0053】本発明のジスアゾ化合物を着色剤として使用する場合、色相が鮮明で、着色力が高く、耐光性、耐溶剂性、耐熱性などにすぐれ、たとえばゴム、塩化ビニル樹脂、セルロース、ポリエステル、ポリオレフィンなどの樹脂着色に好適に使用することができる。また、分散加工したものは、たとえば印刷インキ、カラーフィルター、インクジェット用インキ、塗料、紙パルプなどの着色に好適に使用することができる。

【0054】前記使用量は、用途により異なるが、組成物中に0.5~50%、さらには1~40%含まれるのが好ましい。

【0055】具体的には、ゴム、塩化ビニル樹脂、セルロース、アルキッド樹脂（用途は塗料やカラーフィルター）などの着色に用いる場合、合計量が100重量部（以下、部という）になるように、顔料1~40部、樹脂3~30部、有機溶剤 残りの配合で用いるのが好ましい。

【0056】また、ポリエステル樹脂、ポリオレフィンなどの着色に用いる場合、合計量が100部になるように、顔料1~30部、樹脂70~95部、硬化剤（促進剤）1~5部の配合で用いるのが好ましい。なお、顔料の一部（95%以下）を他の顔料、たとえば酸化チタンなどでおきかえてもよい。

【0057】さらに、水性インキ（印刷用、インクジェット用、筆記具用）などの着色に用いる場合、合計量が100部になるように、顔料1~35部、樹脂0.5~12部、水溶性溶剤1~40部、防腐剤0.05~0.2部、イオン交換水 残りの配合で用いるのが好ましい。

【0058】そして、紙パルプなどの着色に用いる場

界面活性剤0.5～3部、防腐剤0.05～0.2部、イオン交換水 残りの配合で用いるのが好ましい。

【0059】

【実施例】 つぎに実施例をあげて本発明を詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0060】 実施例1

1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン36部、水400部、35%塩酸62部を1時間攪拌後5℃以下に冷却し、20%亜硝酸ナトリウム水溶液42部を加えた。さらに1時間攪拌して完全にジアゾ化を行なった。過剰の亜硝酸はスルファミン酸を用いて分解させ、ジアゾ化液を調製した。

【0061】 一方、アセトアセト m -キシリダイド6部、水800部、20%水酸化ナトリウム40部を混合溶解させ、酢酸10部を添加してアセトアセト m -キシリダイドを析出させたカップリング液を製造した。ついで、カップリング液中にジアゾ化液を加えて20～25℃でカップリング反応を行なった。カップリング反応は $pH6\pm1$ の範囲に調整しながら2時間で行なった。ついで90℃まで昇温したのち濾過・水洗した。プレスケーキを100℃で5時間乾燥させ、緑味黄色の粉末のジスアゾ化合物を得た。

【0062】 乾燥物の融点をDSC測定法によって測定したところ、273.4℃であった。また、IR分析した結果を図1に示す。

【0063】 得られたジスアゾ化合物10部、50%アルキッドメラミン樹脂(大日本インキ化学工業(株)製のベッコゾール)16部、酢酸エチル20部、トルエン15部を混合してボールミルで15時間分散させた。そののち、塗板に140℃で30分間焼付塗装を行なった。

【0064】 焼き付けした塗面は、ブリードせず、色むらがなく、耐水性、耐溶剤性にすぐれていた。

【0065】 実施例2

1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタン36部、水400部、35%塩酸62部を1時間攪拌後5℃以下に冷却し、20%亜硝酸ナトリウム水溶液42部を加えた。さらに1時間攪拌して、完全にジアゾ化を行なった。過剰の亜硝酸はスルファミン酸を用いて分解させ、ジアゾ化液を調製した。

【0066】 一方、アセトアセト o -アニシライド61部、水800部、20%水酸化ナトリウム40部を混合溶解させ、酢酸10部を添加してアセトアセト o -アニシライドを析出させたカップリング液を製造した。ついで、カップリング液中にジアゾ化液を加えて25～30℃でカップリング反応を行なった。カップリング反応は $pH6\pm1$ の範囲に調整しながら2時間で行なった。ついで90℃まで昇温したのち濾過・水洗した。このプレ

【0067】 プレスケーキの一部を乾燥させ、乾燥物の融点をDSC測定法によって測定したところ、275.3℃であった。また、乾燥物のIR分析した結果を図2に示す。

【0068】 得られたプレスケーキ25部、34%水溶性スチレン-アクリル樹脂(ジョンソン・ポリマー(株)製のジョンクリル62)9部、イオン交換水45部、エチレングリコール10部、防腐剤0.2部を混合してサンドミルで3時間分散させた。分散液の遠心分離を行ない、粗大粒子を除いたのち、グリセリン20部とイオン交換水50部を加えてインク化し、サインペンに充填した。筆記状態はかすれがなく、インク保存安定性にすぐれ、ペンの上下差における濃度も変化がなかった。

【0069】 実施例3

1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)メタン36部、水400部、35%塩酸62部を1時間攪拌後5℃以下に冷却し、20%亜硝酸ナトリウム水溶液42部を加えた。さらに1時間攪拌して、完全にジアゾ化させた。過剰の亜硝酸はスルファミン酸を用いて分解させ、ジアゾ化液を調製した。

【0070】 一方、3-ヒドロキシ-3'-ニトロ-2-ナフトアニリド92部、水1000部、20%水酸化ナトリウム40部、ノニオン系界面活性剤(HLB12.0、花王(株)製の409P)3部を混合溶解させ、カップリング液を製造した。ついで、カップリング液中にジアゾ化液を加えて20～25℃でカップリング反応を行なった。カップリング反応は $pH6\pm1$ の範囲に調整しながら2時間で行なった。ついで90℃まで昇温したのち濾過・水洗し、純分35%で、鮮明な青味赤色のプレスケーキを得た。

【0071】 プレスケーキの一部を乾燥させ、IR分析を行なった結果を図3に示す。

【0072】 得られたプレスケーキ30部、20%水溶性アクリル樹脂12部、イオン交換水45部、エチレングリコール10部、防腐剤0.2部を混合してサンドミルで3時間分散を行なった。分散液を遠心分離し、粗大粒子を除いたのち、ジエチレングリコール15部、グリセリン10部およびイオン交換水100部を加えてインク化し、DeskJet 880Cカートリッジ(ヒューレット・パッカード社製)に充填し、印字試験を行なったところ、ノズルに目づまりすることなく、インク保存安定性にもすぐれていた。

【0073】 実施例4

1, 2-ビス(2-アミノフェノキシ)エタン36部、水400部、35%塩酸62部を1時間攪拌後5℃以下に冷却し、20%亜硝酸ナトリウム水溶液42部を加えた。さらに1時間攪拌して完全にジアゾ化させた。過剰の亜硝酸はスルファミン酸を用いて分解させ、ジアゾ化

【0074】一方、3-ヒドロキシ-2-ナフトアニリド89部、水1000部、20%水酸化ナトリウム40部、添加剤（シランカップリング剤、日本ユニカー

（株）製のA-1100）4部を混合溶解させ、カップリング液を製造した。ついで、カップリング液中にジアゾ化液を加えて20～25℃でカップリング反応を行なった。カップリング反応はpH6±1の範囲に調整しながら2時間で行なった。ついで90℃まで昇温したのち濾過・水洗した。プレスケーキを100℃で5時間乾させ、深味赤色の粉末のジスアゾ化合物を得た。

【0075】得られた乾燥物についてIR分析した結果を図4に示す。

【0076】得られたジスアゾ化合物3部、二酸化チタン12部、不飽和ポリエステル樹脂（日立化成工業（株）製のポリセット）80部を混合して3本ロールミルで分散させた。さらに硬化剤（日立化成工業（株）製のCT-1）2部、促進剤（日立化成工業（株）製のPT-28）1部を加えてから成形板に流し込み、常温で硬化させた。成形品は、色むらがなく、耐水性、耐溶性にすぐれていた。

【0077】実施例5

1. 3-ビス（2-アミノフェノキシ）プロパン36部、水400部、35%塩酸62部を1時間攪拌後5℃以下に冷却し、20%亜硝酸ナトリウム水溶液42部を加えた。さらに1時間攪拌して完全にジアゾ化させた。過剰の亜硝酸はスルファミン酸を用いて分解させ、ジアゾ化液を調製した。

【0078】一方、アセトアセトアニリド53部、水800部、20%水酸化ナトリウム40部を混合溶解させ、酢酸10部を添加してアセトアセトアニリドを析出させたカップリング液を製造した。ついで、カップリング液中にジアゾ化液を加えて25～30℃でカップリン

グ反応を行なった。カップリング反応はpH6±1の範囲に調整しながら2時間で行なった。ついで90℃まで昇温したのち濾過・水洗し、純分32%で、鮮明な緑味黄色のプレスケーキを得た。

【0079】プレスケーキの一部を乾燥させ、乾燥物の融点をDSC測定法によって測定したところ、244.7℃であった。また、IR分析した結果を図5に示す。

【0080】得られたプレスケーキ55部、アニオン系界面活性剤（ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物、第一工業製薬（株）製のラペリンF）2部、イオン交換水43部、防腐剤0.1部を混合してサンドミルで3時間分散を行なった。分散液をこう解パルプ（LBKP：NBK=1：1）に5%添加して、硫酸バンドを用いて紙すきを行なった。着色力がすぐれ、耐光性良好な性能を有していた。

【0081】

【発明の効果】本発明のジスアゾ化合物を用いると、イエロー以外の各種色相を呈し、耐光性、耐溶剤性、顔料分散性が良好で、コスト的にも満足のいく着色剤を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得られたジスアゾ化合物のIR分析結果を示すチャートである。

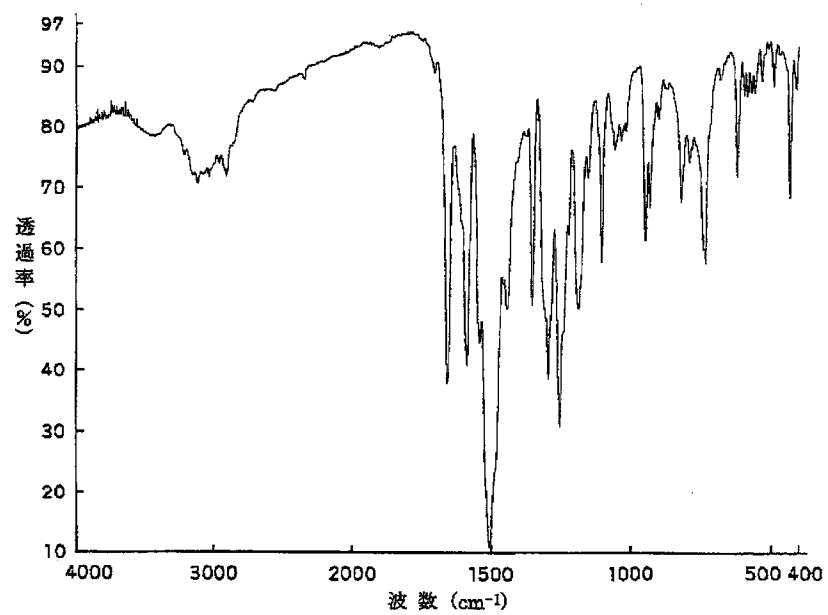
【図2】実施例2で得られたジスアゾ化合物のIR分析結果を示すチャートである。

【図3】実施例3で得られたジスアゾ化合物のIR分析結果を示すチャートである。

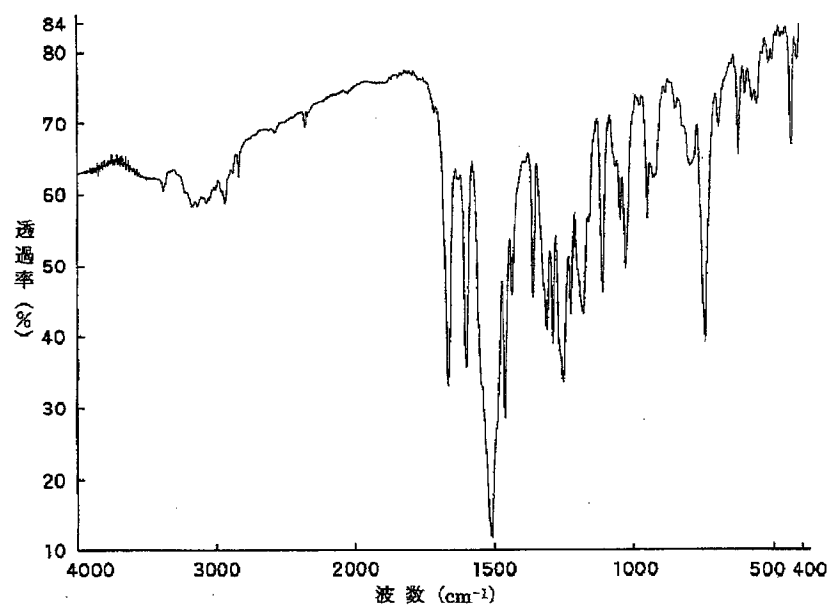
【図4】実施例4で得られたジスアゾ化合物のIR分析結果を示すチャートである。

【図5】実施例5で得られたジスアゾ化合物のIR分析結果を示すチャートである。

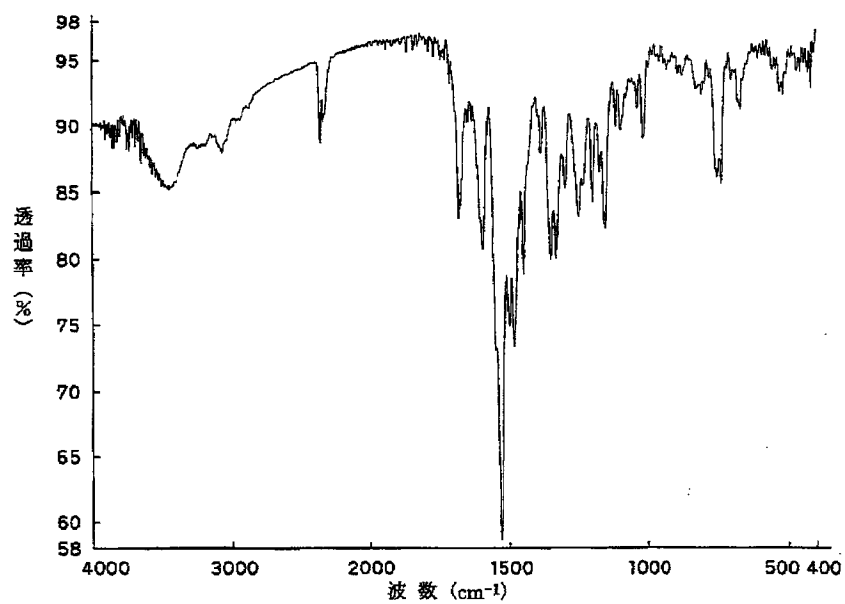
【図1】



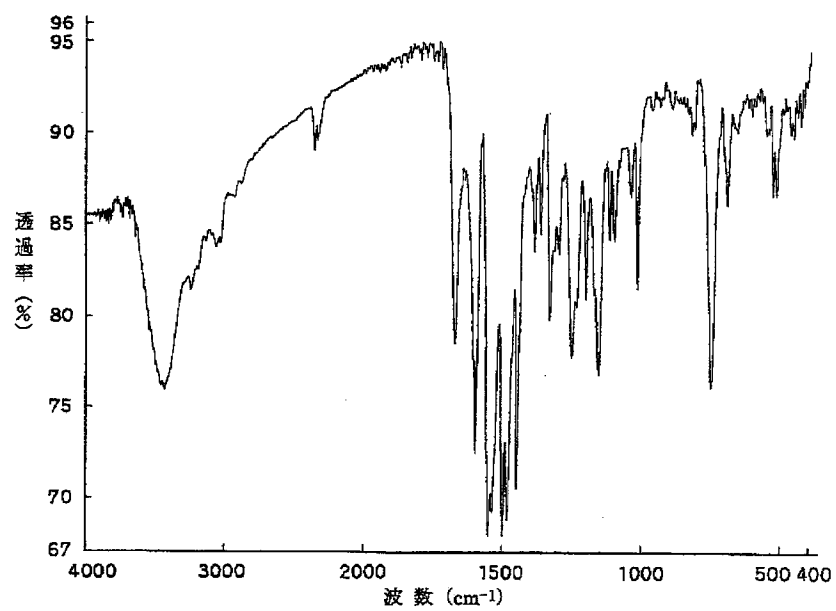
【図2】



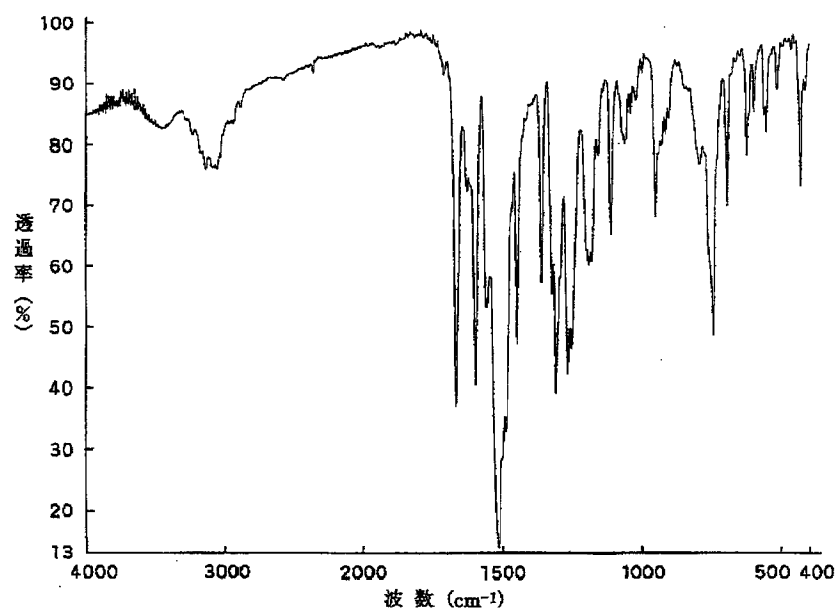
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

テームコード (参考)

C 0 9 D 11/00

D 2 1 H 17/07

4 L 0 5 5

D 2 1 H 17/07

19/38

19/38

21/28

A

21/28

G 0 2 B 5/22

G 0 2 B 5/22

B 4 1 J 3/04

1 0 1 Y

G 0 3 G 9/09

G 0 3 G 9/08

3 6 1

F ターム (参考) 2C056 EA13 FC02

2H005 AA06 CA21

2H048 CA04 CA14

2H086 BA55

4J039 AB08 AD10 AE04 AE05 BC14

BC24 BC25 BC34 BC41 BC54

BC56 BC57 BC72 BC77 BC78

BC79 BE01 BE22 GA01 GA02

GA03 GA04 GA24

4L055 AG34 AH02 BE08 FA12 FA23